

分析化学手册

〔美〕 J.A.迪安 主编



科学出版社

www.sciencep.com

内容简介

本书是美国 J. A. 迪安教授为帮助分析化学、生物化学、环境化学及化学工程专业人员评价和选择特定情况下最恰当的分析方法而编辑的一本单卷式的实验室指南。全书共分 23 章,除提供必备的基础知识外,重点介绍了 19 个方面的权威性的最新资料:

1. 分析的初级操作和预分离技术;
2. 重量和容量分析;
3. 色谱法;
4. 电子吸收、发光、红外、拉曼和原子光谱法;
5. 光学活性和旋光色散;
6. 折射法;
7. X 射线法;
8. 放射化学方法;
9. 核磁共振波谱法;
10. 电子顺磁共振;
11. 质谱法;
12. 电分析和热分析;
13. 磁化率;
14. 有机元素分析;
15. 有机化合物中功能团的检测和定量;
16. 气、液、固态水的测定方法;
17. 统计学;
18. 地质和无机材料;
19. 水分析。

本书编者独具匠心,内容丰富,资料翔实,数据准确,具有很高的权威性和很强的实用性,由北京大学化学系博士生导师常文保教授组织北京大学等单位相关专家翻译、校订,是高等学校分析化学、生物化学、环境化学、化学工程等专业本科生、研究生、教师及科研院所、生产部门分析工作者必备的工具书。

John A. Dean

ANALYTICAL CHEMISTRY HANDBOOK

McGRAW-HILL 1995

图书在版编目(CIP)数据

分析化学手册/(美) J. A. 迪安(John A. Dean)主编;常文保等译校.
—北京:科学出版社,2003.2

ISBN 7-03-010391-2

I. 分… II. ①迪… ②常… III. 分析化学-手册 IV. O65-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2002)第 027300 号

责任编辑:胡华强 操时杰/责任校对:包志红

责任印制:安春生/封面设计:王 浩

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

中国科学院印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2003年2月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2003年2月第一次印刷 印张:74 1/4

印数:1—3 000 字数:2 430 000

定价:128.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈科印〉)

分析化学手册

译校人员名单

(以姓氏笔画为序)

王 杉	王永成	叶宪曾
刘 锋	刘虎威	庄乾坤
杨 屹	李元宗	李浩春
张新祥	赵美萍	郭忠先
郭沁林	常文保	廖一平
操泰斗		

2004

译 序

本书的编者 John A. Dean (J. A. 迪安) 教授是一位著名的学者. 他的名著就是他从第 11 版开始主持编纂、修订的《兰氏化学手册》(Lange's Handbook of Chemistry). 这是一本真正的数据手册, 篇幅大, 数据完整、可靠. 该书自 1934 年问世以来, 已经出版了 15 版, 受到广大化学工作者的欢迎. 现在我们翻译的《分析化学手册》, 是 J. A. 迪安教授的又一贡献. 但它并不是“数据”手册, 而是一个新的品种, 可称之为教科书式的手册. 其特点是在夹叙夹议中提供了各种资料和数据. 而“夹叙夹议”就是对各种分析方法和技术的简略概述, 目的是让读者对仪器、方法和数据能够简便地做出正确的选择. 因此, 这是一本分析工作者必备的工具书.

我们组织有关专业工作者进行翻译和审校. 书中的名词术语以“全国自然科学名词审定委员会公布”的《化学名词》¹⁾ 及相关学科的名词和《英汉化学化工词汇》(第四版)²⁾ 为准; 书中的计量单位尽量采用“中华人民共和国法定计量单位”, 某些不便于换算的非法定计量单位, 则采用注释的方式加以说明, 请各位同仁使用时留意. 本书引用参考文献较多, 为便于读者查阅, 其体例格式与原书保持一致.

我们十分感谢本手册的责任编辑操时杰先生. 我们十分佩服他的敬业精神、严谨的科学态度和高超的“挑毛病”的技巧.

由于译校者水平所限, 词不达意, “洋”句子以及错译和其他不妥之处肯定不少, 敬希广大分析工作者批评、指正.

译校者

2002 年 2 月 26 日

1) 全国自然科学名词审定委员会公布. 化学名词. 北京: 科学出版社, 1991

2) 科学出版社名词室编. 英汉化学化工词汇(第四版). 北京: 科学出版社, 2000

前 言

现代科学技术的发展使分析人员常常遇到大量日益复杂的新材料,要求提供以前未被认识或被忽略的有关组分的信息,对分析灵敏度、可靠性和速度有更加迫切的需求.另一方面,仪器的发展和相关领域内同行们的研究工作也为分析人员提供了解决这些问题的新技术、新仪器、新方法和新试剂.

然而,正是这些新仪器、新试剂和新方法,使分析人员为解决不熟悉的新试样分析而寻找最佳途径的工作大大复杂化.本手册试图为分析化学和相关学科的人员,提供在现代分析化学的常规化学和仪器方法中最为重要与有用的基础资料及实用操作方法的简明便览.这些都编撰在这本放于书桌上、使用方便的手册中.

如果不了解表述各种物质在不同技术中行为的数据,那就很容易将最适宜于某项技术的分析特性忽略掉.分析工作中最大的困难在于选择正确的技术以解决某一问题.本手册为读者提供了各种分析技术的手头参考资料,对那些尚未开发、种类繁多分析方法的实验室应该特别有用.

手册中广泛应用的数据表含有足够的信息,让读者能够对方法的可能应用范围和灵敏度作出判断,所附参考文献提供了有关方法的更详细指导和讨论.本书在一个或几个涉及的专门领域内对分析技术间的比较让读者可以就方法的选用作出结论.决定选用的方法时应考虑的因素有费用、分析时间、灵敏度、再现性和操作者应具备的技能.为有助于理解技术中的参数,本手册给出了涉及数学表达的很多例子.书中包括了经历过的事例和解决故障的叙述.

分析前的试样制备是主要的分析任务之一.为此,本书详细介绍了从复杂基体中得到待测物的各种技术,也给出了方法开发的途径.第一章“初级的分析操作”介绍了采样,混合和试样缩分,湿度和试样干燥,以及溶解试样的方法.实际工作中需要对试样进行预分离,也许是浓缩待测物,或除去干扰,或兼而有之.“预分离方法”一章让读者了解络合物形成、掩蔽和解蔽反应、萃取方法、离子交换方法、挥发方法、载体共沉淀和化学还原等方法.

重量分析和容量分析是第三章的内容.讨论了无机重量分析,水和非水介

质中的酸碱滴定、沉淀滴定、氧化还原滴定和络合滴定. 本书的其余部分介绍各种仪器分析技术和代表性的应用, 最后部分则是通用资料.

尽管本书没有专门章节介绍工业材料的分析方法, 但索引包括了各种基体试样中特定元素和功能团的参考方法. 它们分别列于本书各章的众多表中. 这样的安排避免了不必要的重复.

在通常情况下, 为找到适宜于测定试样中待测组分的分析方法, 需要在本手册中有可能的几章中查找. 当某方法较费时和费用较高而另一种方法不常用时, 则可能选用后者来验证待测物浓度. 在书中注重对这些信息的收集, 而不是推荐众多的方法, 这将对读者在特定情况下选用最佳方法有所帮助. 读者快速、方便地了解本书所介绍的种种分析技术, 就能选定最佳方法或得到所选方法的特定信息. 只有在个别情况下, 本书才详细叙述了有关操作方法. 书中的信息足以让读者从提供的技术和方法中作出理智和合理的选择. 作为方便易得的参考资料, 也包括了最后的测量条件和步骤. 本书给出的参考文献指导读者获得更多的信息.

最后, 当分析结果积累起来后, 就要利用第 20 章简介的统计处理方法. 显而易见, 在制作校正曲线时, 应该使用和评价最适宜于直线拟合的最小二乘法.

由于已有几本仪器分析方法的优秀教材 (其中包括本书编者合编的 *Instrumental Methods of Chemistry*), 本书的理论讨论就精简了. 与此类似, 本书对仪器设备和方法学的叙述也仅限于足以让读者能够作出正确的选择.

编者感谢有关对本手册的组织和范围的建议以及所指出的错误.

J. A. 迪安

编者简介

John A. Dean(J. A. 迪安)是美国诺克斯维尔(Knoxville)市田纳西(Tennessee)州大学退休教授.他是很多书籍的作者和(或)编者,其中包括《兰氏化学手册》(Lange's Handbook of Chemistry)(第 11 至第 15 版)和《仪器分析方法》(Instrumental Methods of Analysis)(第 7 版).他曾被美国化学会 Piedmont 分会授予 Charles H. Stone 奖,1991 年获美国化学会应用光谱学杰出贡献奖.

目 录

(各章详细目录,均列于该章正文之前)

译序

前言

编者简介

第1章	初级的分析操作	1.1
第2章	预分离方法	2.1
第3章	重量及容量分析	3.1
第4章	色谱法	4.1
第5章	电子吸收和发光光谱法	5.1
第6章	红外光谱法与拉曼光谱法	6.1
第7章	原子光谱法	7.1
第8章	旋光性和旋光色散	8.1
第9章	折射法	9.1
第10章	X射线方法	10.1
第11章	放射化学方法	11.1
第12章	核磁共振波谱与电子自旋共振	12.1
第13章	质谱	13.1
第14章	电分析方法	14.1
第15章	热分析法	15.1
第16章	磁化率	16.1
第17章	有机元素分析	17.1
第18章	有机化合物官能团的检出和测定	18.1
第19章	水的测定方法	19.1

第 20 章	化学分析中的统计学	20.1
第 21 章	地质和无机材料	21.1
第 22 章	水分析	22.1
第 23 章	综合信息	23.1
附录		A.1
索引		I.1

第 1 章 初级的分析操作

1.1 取样	1.4
1.1.1 实验室中试样的处理	1.4
1.1.2 取样方法学	1.4
1.2 试样的混合和缩分	1.7
1.2.1 概述	1.7
1.2.2 锥形四分法	1.7
图 1.1 试样堆成锥形	1.8
图 1.2 试样四分法	1.8
1.2.3 格槽分样器	1.8
1.3 粉碎和研磨	1.9
1.3.1 概述	1.9
1.3.2 粉碎和混合	1.9
表 1.1 试样缩分设备	1.9
表 1.2 研磨表面的性质	1.10
1.3.3 研磨操作中的注意事项	1.11
1.4 筛分和混合	1.12
表 1.3 美国标准筛制	1.13
1.5 水分和干燥	1.13
1.5.1 固体中水的形式	1.14
1.5.2 试样的干燥	1.14
表 1.4 干燥剂	1.15
表 1.5 用于保持稳定湿度的溶液	1.16
表 1.6 25℃ 时一定蒸气压和相对湿度下 H_2SO_4 , NaOH 和 CaCl_2 溶液的浓度	1.16
表 1.7 干湿球式温度计读数对应的相对湿度	1.17
表 1.8 露点显示对应的相对湿度	1.18
1.5.3 收集晶体的干燥	1.18
1.5.4 有机溶剂的干燥	1.19

1.5.5	冷冻干燥	1.19
1.5.6	吸湿性离子交换膜	1.20
表 1.9	吸湿性离子交换膜的化学惰性	1.20
1.5.7	微波干燥	1.20
1.5.8	临界点干燥	1.21
表 1.10	用于临界点干燥的过渡性和中介性流体	1.21
1.5.9	卡尔·费歇尔法测定水分	1.21
1.6	分析天平和称量	1.22
1.6.1	概述	1.22
表 1.11	按称量范围的天平分类	1.23
1.6.2	多种用途的实验室天平	1.23
表 1.12	天平的规格	1.23
1.6.3	机械的分析天平	1.24
1.6.4	电子天平	1.25
1.6.5	称量台	1.26
1.6.6	空气浮力	1.27
1.6.7	分析砝码	1.27
表 1.13	分析砝码的公差	1.27
1.7	溶样方法	1.28
1.7.1	引言	1.28
1.7.2	无机试样的分解	1.29
表 1.14	酸消化罐装料允许量	1.31
表 1.15	常用熔剂	1.33
表 1.16	在铂坩埚或石墨坩埚中用硼酸盐熔融分解试样	1.34
1.7.3	有机化合物的分解	1.34
表 1.17	各种罐中可燃物质的推荐最大量	1.35
表 1.18	燃烧辅助剂和促进剂	1.35
1.7.4	微波技术	1.37
表 1.19A	典型的微波炉操作参数	1.38
表 1.19B	典型的微波炉操作参数	1.38
1.7.5	其他溶样方法	1.40
表 1.20	络合剂溶样	1.40
表 1.21	用阳离子交换剂(质子形式)溶样	1.41
表 1.22	聚合物的溶剂	1.41

1.8 过滤	1.41
1.8.1 引言.....	1.41
1.8.2 过滤介质.....	1.42
表 1.23 滤纸和玻璃纤维的一般性质	1.42
表 1.24 膜过滤器	1.45
表 1.25 膜选择指南	1.46
表 1.26 空心纤维超滤架选择指南	1.47
表 1.27 烧结玻璃仪器的孔穴特性	1.48
表 1.28 烧结玻璃仪器的洗涤液	1.48
1.8.3 过滤装置.....	1.48
1.8.4 与过滤过程相关的操作.....	1.49
1.8.5 真空过滤.....	1.50
1.9 容量器皿的规格	1.50
1.9.1 容量瓶.....	1.51
表 1.29 容量瓶的公差	1.51
1.9.2 容量移液管.....	1.51
表 1.30 移液管容量公差	1.51
1.9.3 微量吸液器.....	1.52
表 1.31 微量吸液器公差	1.52
1.9.4 滴定管.....	1.52
表 1.32 滴定管准确度公差	1.53
参考文献	1.53

1.1 取 样

1.1.1 实验室中试样的处理

每个试样都应该确认并贴好标签,以便对其来源确定无误.与试样可能有关的一些信息如下:

1. 试样编号;
2. 记录本上实验确认编号;
3. 得到试样的日期和时间;
4. 试样来源和交叉对照编号;
5. 试样的(近似)重量或体积;
6. 容器的确认代码;
7. 要用试样做什么,要进行哪些测定,或要进行怎样的分析?

解决这些问题的办法是应用计算机化的实验室数据管理系统.所需的试样,要进行的试验,要使用的人员和仪器,要进行的计算,所期望的结果等有关信息都直接输入和保存在这样的系统中.所有试验的原始数据可用计算机自动采集或者手工输入.关于已完成的试验、进行中的工作情况报告,优先工作罗列,统计结果等等,经常可按时或按需自动提供.

1.1.2 取样方法学

对待分析物质进行取样几乎总是重要的,而且常常比分析操作本身更重要.取样的目的在于得到用来进行测定的代表性试样.这里不想讨论从原始地点,如采石场、岩石表面、仓库、生产线等等,如何选取本体试样.这一问题在其他地方有阐述^[1~5].实际上,费用通常是支配所用本体试样取样方法的主要因素之一.要特别强调的是,测定操作只能做到和此前的试样制备一样好.在组成和粒子大小分布方面,假设总试样和待分析物质是一致的.如果总试样不能真实代表待分析物质本体,那么随后的试样缩分和全部的实验室内操作都是在浪费时间.必要时取样方法应该相应改变,而且取样方法十分复杂.

取样理论的通用处理不可能很完美.取样技术随待分析物质及其物理特性而不同.一般地,对特定物质感兴趣的各协会对商业上有重要性的物质取样方法有明确的规定,特别是在美国材料检验学会(American Society for Testing Materials,其缩写 ASTM,也为人们熟知)的多卷本出版物中列出的实用材料.这些取样方法是经过广泛、详尽的试验而得到的,其规定很明确具体,使用者不用再多考虑.当没有现成取样方法时,分析人员只要牢记下面讨论的一般原理和主要问题,也能做得相当好.

如果需要测定原材料的湿度,经常必须另取一个独立的试样.

1.1.2.1 取样的基本规则

如前所述,取样理论的通用处理不可能很完美,取样技术随待分析物质及其物理特性而不同.对特定物质感兴趣的各种协会对商业上有重要性的物质取样方法有明确的规定,如美国公共卫生协会对水和污水,ASTM对冶金产品、石油和建筑材料,美国国有公路管理协会对道路建设材料,公职分析化学家协会(AOAC)对农产品的规定等等.

得到大量试样后,必须缩分为实验室用的试样.试样的大小应适当,这取决于待测物、进行测量的类型以及污染程度.即使从正确采集的试样开始,也可能出现两种类型的错误.第一种是裂解试样会引起实验用试样和丢弃物中一种或多种组分含量的差异.另一种是在试样磨碎以得到小粒子过程中几乎肯定会引起试样的污染.忽略实验误差,从 n 个样本测量所得到的试样分析结果是以标准偏差 s 围绕真实值 μ 分布的,

$$s = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \quad (1.1)$$

通常, σ 和 μ 是未知的, s 可用作 σ 的估计值,分析结果的平均值可作为 μ 的估计值.只要能与所期望的准确度相匹配,试样数目应尽量小.

如果规定标准偏差 0.5% 为取样过程的目标,从前面构成本体获得的数据表明 s 为 2.0%,那么 2.0% 可作为 σ 的估计值.代入式(1.1)得

$$0.5 = \frac{2.0}{\sqrt{n}} \quad (1.2)$$

计算得 $n=16$,即应从总体试样中随机选取 16 份试样.

要考虑分析误差对取样问题的影响需要用到变异性.分析变异性应加到取样环节的变异性中.假定分析方法的标准偏差为 1.0%,而

$$s^2 = \frac{(\sigma_s^2 + \sigma_a^2)}{n} \quad (1.3)$$

式中,分子项代表取样步骤的变异性与分析的变异性相加¹⁾.因此

$$(0.5)^2 = \frac{[(2.0)^2 + (1.0)^2]}{n} \quad (1.4)$$

得所需试样数 $n=20$.以上讨论是对取样问题相当简单的处理.

1.1.2.2 气体样的采取^[6]

取样仪器现在由美国环境保护署独家进行资格认定.对大量的化学物质而言,还没有经核准的方法.

由于在分子水平上气体无非均匀性,气体所需的总试样体积相对较小.在体积相对小的试样中有数额巨大的分子.主要问题是试样必须能代表总体.所以需要用气体采样器在不同位置取样,然后混合这些气体得到总试样.

用两端有活塞的采样管(容量为 250~1000mL)收集气体试样.采样管被抽空或装满

1) 式(1.3)中分母项原文为 $\sqrt{n}$,疑为 n 之误.——译者注

水,或者用注射球附件使气体样置换出空气.在静态取样法中,取样瓶被先抽空,然后被取样点的气体样充满.为得到所需的取样准确度,这些步骤需重复多次.在动态取样法中,让试样气体以稳定的低流速流过.取样器被反复冲洗,气体达到平衡,同时取样流路管道壁的湿度与取样器中的相同.达到平衡后,关闭取样器的活塞——先关闭出口端,再关闭进口端.流动气体的取样则应使用能够在不同径向位置上按正确比例取样的装置.

玻璃容器最适宜于盛惰性气体,如氧、氮、甲烷、一氧化碳和二氧化碳.不锈钢容器和塑料袋也适宜于惰性气体的采集.气体通过一固定并与采样袋相通的装置进入采样袋,并在袋中成为独立的一部分.反应性气体如硫化氢、氮氧化物和二氧化硫,建议不直接进行采集和贮存.但 Tedlar 气体袋特别能防止很多反应性气体对袋壁的损害.

在大多数气体取样情况下,大量空气流经取样装置.其中的固态物经过滤除去,液态和气态物被取样装置中的溶液或固体吸附或与之反应.用流量计或其他设备测量所收集试样代表的空气总体积.在一些取样设备中每启动一次手动泵就传输一定量的气体.

1.1.2.3 液体样的采取

瓶式采样法中,用清洁的棉制细绳将容量约 1 L、有 1.9cm 开口并具塞子的合适的玻璃瓶悬吊,并负重 560g 的铅锤或钢锤.瓶塞与另一根细绳连接.在适当深度或位置,用力拉开瓶塞,让液体灌满取样瓶,然后提起.取回采样瓶后,盖上瓶盖.

在容器内指定部位取样(泥泵取样)时,用专门设计的取样器在离容器底部约 1.25 cm 以内采样.当取样器凸出部分撞击容器底时,取样器打开,试样流进其底部,而空气从上部排出.取回取样器时,阀门自动关闭.芯式取样器放到容器底部,阀门打开让取样器内部充满,而当取样器碰到容器底时,阀门关闭.

液体试样被泵送流经管道时,在不同时间可采集大量试样,混合后得总试样.应注意试样代表的是泵入的那部分总和,应从被泵送液体的所有部分取样.

如果为液体,可用搅拌器或混合浆充分混匀,其取样就相对容易.但应保证均匀性.充分混合后,从其顶部和底部分别取样,组合成一个试样,再完全混匀.最终的试样供分析用.

对在鼓形圆桶、坛或瓶中液体取样,可用一开口管子,其长度足以抵达距容器底部 3 mm 以内,其直径足以保证管子有 0.5~1.0L 的体积.对选定深度位置上的单个试样,应用拇指堵住管子上端,插入管子到所需深度.在取出管子时用拇指堵住管子上端.也可以将试样泵入试样容器中.

专门设计的取样注射器适用于对空气敏感物质的微量取样.

区带取样对悬浮固态物很重要.最好用专门的区带取样器.当液体泵入,流经管道,在不同时间可采集大量的试样,组成一个总试样.同样应注意试样代表的是泵入的那部分总和,应从被泵入液体的所有部分取样.

1.1.2.4 致密固体的取样

在取样中固体粒子的大小引入了一个变量.可用大小与重量的比值 b 衡量试样粒子大小.这一比值可表达为

$$b = \frac{\text{最大粒子的重量} \times 100}{\text{样品的重量}} \quad (1.5)$$

式中: b 的建议值为0.2;但为保证取样的经济和准确, b 值应由实验决定。

从非均匀性固体中获得代表性试样要求进行如下操作.先取得总试样.如果为大于1英寸(in)(2.54 cm)的块,试样重量必须至少为1000磅(lb)(453.592kg),而且在缩分为500 lb(约227 kg)前应细分为0.75英寸(1.90 cm)的块,缩分为250 lb(约113 kg)前弄成0.5英寸(1.27 cm)的块,如此处理下去,直至得到送往实验室的15 lb(6.8 kg)的试样.由于机械的取样方法比下述的手工取样方法更准确和快速,已得到广泛应用.一种取样机是不停地从传动的物流中除去部分,另一种是以一定时间间隔转移所有的物流.

对以桶、柜、袋和饼式存在的天然堆积物及半软的固体取样,将带后孔挖掘器的螺丝钻取样器插入物料中,然后直接拔出.用特殊仪器进行芯式钻孔,驱动头应该是硬质钢制成的,桶长至少46 cm.从大岩石中取样的最有效方法是金刚石钻孔.

在捆包、盒子和类似容器中取样,要使用裂口取样器.这种取样器是一段管道,上面有能够在整个管道上滑动、在切割端很锋利的狭槽.将管道插入容器中心,反复旋转以取得中心部分的物料.

从传送带或斜道上取样,用手铲在流动的物料横截面取样.重力-流动式螺丝钻由在流体中旋转的开槽管道组成.用螺丝钉将物料从管道中取下.

1.1.2.5 金属的取样

可用对各边等距的间隔布点方式对金属钻孔取样,保证每个钻孔在中点外扩展.另外的试样可锯金属、收集锯屑而得到.单一金属材料的表面碎片并不能代表材料的整体,因为组成成分的熔点存在差异.应尽可能进行干法取样.若需要润滑,要用苯和醚仔细清洗以除去油和油脂.

对熔融金属而言,用试样枪将试样转入玻璃支架.试样在冷却过程中,玻璃破碎而获得试样.另一种设计中,取样器由两个中心开槽的黄铜管构成,其外管旋转以获取代表性的金属.

1.2 试样的混合和缩分

1.2.1 概述

试样首先被破碎至适当大小,然后按四分法或相似方法取出部分.所取的部分再破碎至更小,分成几部分.这样的操作重复多次,直至获得能够用于分析,又不在最后试样制备中带来多余工作的重量和粒子大小适当的试样.最后的试样应破碎至粒子大小能使在天平上的称样误差最小,且对所预期使用的溶样方法而言足够精细.

每个独立的试样在试样裂分、磨碎或碾压方面出现不同问题.若试样是均匀和坚硬的,则裂分操作不产生问题,而磨碎会困难.若试样在组成和硬度上是非均匀的,则在裂分和研磨中的相互作用可能是难以克服的.

通常在磨碎前进行试样裂分,以减小需要磨碎至大小最终适宜于分析的试样量.

1.2.2 锥形四分法

良好通用的混合方法是用反复倾倒试样让试样经过分裂机,每次将试样倾倒成锥形

以便充分混合。

当对十分庞大的试样取样,可用锥形法(图 1.1)和四分法(图 1.2)获取代表性的试样。将第一个试样堆成圆锥形,将第二个试样倾倒在锥顶,将它们混合、摊平,再堆成锥形。当下一个试样倾倒在重新形成的锥体上,将所得充分混合,再在加入另一个试样前堆成新的锥形。

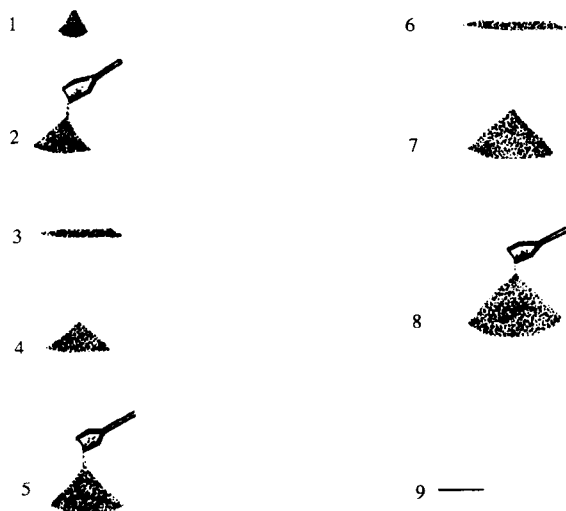


图 1.1 试样堆成锥形

1. 形成锥形;2. 倾倒锥顶;3. 铺平;4. 重新堆成锥形;5. 倾倒锥顶;6. 铺平;7. 重新堆成锥形;8. 倾倒锥顶;9. 按需要多次重复。
(引自 Shugar and Dean, *The Chemist's Ready Reference Handbook*, McGraw-Hill, 1990)



图 1.2 试样四分法

把锥形铺平,选择对角的两个四分之一,丢弃另两个四分之一。

(引自 Shugar and Dean, *The Chemist's Ready Reference Handbook*, McGraw-Hill, 1990.) (原文为 Shugar and Dean, 1990, 疑漏掉 *The Chemist's Ready Reference Handbook*, McGraw-Hill. ——译者注)

由于裂分不好引入的误差实际上是可用统计方法处理的,除用平行试样外很难判定这种误差。

1.2.3 格槽分样器

格槽分样器也用于试样混合和缩分。它是一系列交替指向另一侧的斜槽。起初的物料被分成基本相同的两部分,可重复让其中的一部分通过分样器直至得到所需大小的试样。